

Birch, Stewart et al.
0703) 205-8000
1420-0613/p
12/4/03
New

日本国特許庁 YOSHIAKI OSHIMA et al
JAPAN PATENT OFFICE 1062

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年12月26日
Date of Application:

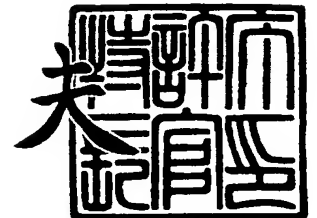
出願番号 特願2002-377390
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP2002-377390]

出願人 花王株式会社
Applicant(s):

2003年 8月12日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2003-3065042

【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP02-1197

【提出日】 平成14年12月26日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09K 3/14

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 大島 良暁

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 西本 和彦

【発明者】

 【住所又は居所】 和歌山市湊 1 3 3 4 番地 花王株式会社研究所内

 【氏名】 萩原 敏也

【特許出願人】

 【識別番号】 000000918

 【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100095832

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 050739

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

 【包括委任状番号】 0012367

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 研磨液組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 水系媒体中に研磨材を含有するメモリーハードディスク用の研磨液組成物であって、該研磨材中における粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子の含有量が 50 体積% 以上であり、該研磨材として粒子径が 5 nm ～ 40 nm 未満の小粒径シリカ粒子を粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子全量に対して 10 ～ 70 体積% 含有し、粒子径が 40 nm ～ 80 nm 未満の中粒径シリカ粒子を粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子全量に対して 20 ～ 70 体積% 含有し、粒子径が 80 nm ～ 120 nm の大粒径シリカ粒子を粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子全量に対して 0.1 ～ 40 体積% 含有する研磨液組成物。

【請求項 2】 小粒径シリカ粒子中の粒子径が 10 nm ～ 30 nm の粒子を粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子全量に対して 5 ～ 70 体積% 含有し、中粒径シリカ粒子中の粒子径が 45 nm ～ 75 nm の粒子を粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子全量に対して 20 ～ 70 体積% 含有し、大粒径シリカ粒子中の粒子径が 90 nm ～ 110 nm の粒子を粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子全量に対して 0.1 ～ 25 体積% 含有する請求項 1 記載の研磨液組成物。

【請求項 3】 シリカがコロイダルシリカである請求項 1 又は 2 記載の研磨液組成物。

【請求項 4】 請求項 1 ～ 3 いずれか記載の研磨液組成物を用いて、マイクロピットを低減する方法。

【請求項 5】 請求項 1 ～ 3 いずれか記載の研磨液組成物を用いて、Ni-P でメッキされたメモリーハードディスク用基板を製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、研磨液組成物、該研磨液組成物を用いたマイクロピットの低減方法、前記研磨液組成物を用いた基板の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年のメモリーハードディスクドライブには、高容量・小径化が求められ記録密度を上げるために磁気ヘッドの浮上量を低下させたり、単位記録面積を小さくすることが強いられている。それに伴い、磁気ディスク用基板の製造工程においても研磨後に要求される表面品質は年々厳しくなっており、ヘッドの低浮上に対応して、表面粗さ、微小うねり、ロールオフ、突起の低減や単位記録面積の減少に対応して許容されるスクラッチ、ピットの大きさと深さがますます小さくなってきている。

【0003】

このような要求に対して、平均うねりが小さく、表面欠陥の少ないアルミニウムディスク基板を得ることの出来る、異なったモノモーダル数粒子径分布を有するコロイダルシリカ粒子群を含む、アルミニウムディスク基板の研磨用組成物が知られている（例えば、特許文献1参照）。

【0004】

また、表面平滑性に優れ、かつ表面欠陥を発生することなく、しかも経済的な速度で研磨を可能とする、特定の粒径分布を有するコロイダルシリカを含有する研磨液組成物が知られている（例えば、特許文献2参照）。

【0005】

しかし、かかる研磨液組成物は、一次研磨としてアルミナ砥粒を用いた場合において、そのアルミナ砥粒が基板表面に残留することにより生じる凹み欠陥（以下、マイクロピットという）を防止するという観点からは何ら工夫がされておらず、さらなる改善が求められていた。

【0006】

ここで、マイクロピットとは、通常のピットとは異なり微分干渉式光学顕微鏡ではっきりとした輝点として確認できないものであり、従来はこの欠陥について十分な検討がなされておらず、単位記録面積の縮小を妨げる基板の表面欠陥として、近年急速に認識されつつある表面欠陥である。

【0007】**【特許文献1】**

特開 2002-30274 号公報 (請求項 1)

【特許文献 2】

特開 2001-323254 号公報 (請求項 1)

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、メモリーハードディスク用基板の研磨用として、研磨後の被研磨物のマイクロピットを顕著に低減し、しかも経済的に研磨をすることが可能である研磨液組成物、該研磨液組成物を用いたマイクロピットの低減方法及び前記研磨液組成物を用いた基板の製造方法を提供することにある。

【0009】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明の要旨は、

〔1〕 水系媒体中に研磨材を含有するメモリーハードディスク用の研磨液組成物であって、該研磨材中における粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子の含有量が 50 体積% 以上であり、該研磨材として粒子径が 5 nm ～ 40 nm 未満の小粒径シリカ粒子を粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子全量に対して 10 ～ 70 体積% 含有し、粒子径が 40 nm ～ 80 nm 未満の中粒径シリカ粒子を粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子全量に対して 20 ～ 70 体積% 含有し、粒子径が 80 nm ～ 120 nm の大粒径シリカ粒子を粒子径 5 ～ 120 nm のシリカ粒子全量に対して 0.1 ～ 40 体積% 含有する研磨液組成物、

〔2〕 前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いて、マイクロピットを低減する方法、並びに

〔3〕 前記〔1〕記載の研磨液組成物を用いて、Ni-P でメッキされたメモリーハードディスク用基板を製造する方法に関する。

【0010】

【発明の実施の形態】

本発明の研磨液組成物は、水系媒体中に研磨材を含有するメモリーハードディスク用の研磨液組成物であって、該研磨材全量中における粒子径 5 ～ 120 nm

シリカ粒子の含有量が50体積%以上であり、該研磨材として粒子径が5 nm～40 nm未満の小粒径シリカ粒子を粒子径5～120 nmのシリカ粒子全量に対して10～70体積%含有し、粒子径が40 nm～80 nm未満の中粒径シリカ粒子を粒子径5～120 nmシリカ粒子全量に対して20～70体積%含有し、粒子径が80 nm～120 nmの大粒径シリカ粒子を粒子径5～120 nmシリカ粒子全量に対して0.1～40体積%含有するものである。

【0011】

本発明においては、前記のような特定の粒径分布を有するシリカ粒子を特定量以上含有する研磨材を用いることで、メモリーハードディスクの研磨用として、研磨後の被研磨物のマイクロピットを顕著に低減し、しかも経済的に研磨をすることができるという効果が発現される。

【0012】

ここで、マイクロピットとは、①微分干渉式光学顕微鏡で観察する場合、倍率50～100倍で、基板表面を十分に平坦に調整した状態でのみ観測できる凹み又は②原子間力顕微鏡で観察する場合、直径0.2～5 μ m、深さ10～100 nmの逆円錐型の凹みであって、③凹みの底にAl元素が検出されるものをいう。なお、Al元素の検出は、走査型電子顕微鏡（SEM）と元素分析手法（EDS、オージェ分光）を組み合わせることにより確認できる。

【0013】

このマイクロピットは、研磨材の平均粒径が小さくなるにつれ、機械的研削力が不足し、前工程のアルミナ砥粒の突き刺さり等の残留物が排出しにくく、研磨後期で排出されたものが研削されずに凹みとして残ることでマイクロピットが発生すると考えられる。

【0014】

本発明に用いられる研磨材は、粒子径5～120 nmシリカ粒子を50体積%以上含有するものである。前記粒子径5～120 nmシリカ粒子の含有量は、マイクロピット、表面粗さ及びスクラッチの低減の観点から、55体積%以上が好ましく、60体積%以上が好ましい。

【0015】

シリカとしては、コロイダルシリカ、ヒュームドシリカ、表面修飾したシリカ等が挙げられ、中でも、より高度な平滑性を必要とする高記録密度メモリー磁気ディスク用基板の最終仕上げ研磨用途に適しているという観点から、コロイダルシリカが好ましい。なお、コロイダルシリカ粒子は、例えば、ケイ酸水溶液から生成させる製法により得ることができる。

【0016】

前記粒子径5～120nmシリカ粒子は、その全量中、粒子径が5nm～40nm未満の小粒径シリカ粒子を10～70体積%、粒子径が40nm～80nm未満の中粒径シリカ粒子を20～70体積%、及び粒子径が80nm～120nmの大粒径シリカ粒子を0.1～40体積%それぞれ含有するものである。

【0017】

前記小粒径シリカ粒子の含有量としては、マイクロピット低減の観点から、12～68体積%が好ましく、15～65体積%がより好ましく、20～60体積%がさらに好ましく、30～60体積%が最も好ましい。中粒径シリカ粒子の含有量としては、マイクロピット低減の観点から、25～70体積%が好ましく、25～60体積%がより好ましく、30～50体積%がさらに好ましい。及び大粒径シリカ粒子の含有量としては、マイクロピット低減の観点から、0.5～35体積%が好ましく、1～30体積%がより好ましい。

【0018】

中でも、本発明に用いられる研磨材は、マイクロピット低減の観点から、粒子径5～120nmシリカ粒子全量に対して、小粒径シリカ粒子中の粒子径が10nm～30nmの粒子を5～70体積%、好ましくは10～50体積%、中粒径シリカ粒子中の粒子径が45nm～75nmの粒子を20～70体積%、好ましくは22～65体積%、及び大粒径シリカ粒子中の粒子径が90nm～110nmの粒子を0.1～25体積%、好ましくは1～15体積%含有していることが望ましい。

【0019】

前記シリカ粒子の粒径分布は、以下の方法により求めることができる。即ち、コロイダルシリカを日本電子製透過型電子顕微鏡「JEM-2000FX」（8

0 kV、1～5万倍)で観察した写真をパソコンにスキャナで取込み、解析ソフト「WinROOF」(販売元、三谷商事)を用いて1個1個のシリカ粒子の円相当径を求め、直径とし、1000個以上のシリカ粒子データを解析した後、それをもとに表計算ソフト「EXCEL」(マイクロソフト社製)にて粒子直径から粒子体積に換算した。まず、全粒子中における5 nm以上120 nm以下(5～120 nm)の粒子の割合(体積基準%)を計算し、さらに5 nm以上120 nmの粒子の集合全体における5 nm以上40 nm未満(5 nm～40 nm未満)、40 nm以上80 nm未満(40 nm～80 nm未満)、80 nm以上120 nm以下(80 nm～120 nm)の3つの領域の割合(体積基準%)を求めた。同様に10 nm以上30 nm以下、45 nm以上75 nm以下、90 nm以上110 nm以下の3つの領域の割合(体積基準%)についても求めた。

【0020】

また、シリカ粒子の粒径分布を調整する方法としては、特に限定されないが、例えば、シリカ粒子がコロイダルシリカの場合、その製造段階における粒子の成長過程で新たな核となる粒子を加えることにより最終製品に粒径分布を持たせる方法、異なる粒径分布を有する2つ以上のシリカ粒子を混合する方法等で達成することが可能である。

【0021】

また、研磨材には、前記シリカ粒子に加えて、研磨用に一般に使用されている研磨材を使用することもできる。該研磨材として、金属；金属又は半金属の炭化物、窒化物、酸化物、ホウ化物；ダイヤモンド等が挙げられる。金属又は半金属元素は、周期律表(長周期型)の2A、2B、3A、3B、4A、4B、5A、6A、7A又は8A族由来のものである。研磨材の具体例として、酸化アルミニウム、炭化珪素、ダイヤモンド、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化チタン、酸化セリウム、酸化ジルコニウム等が挙げられ、これらを1種以上使用することは研磨速度を向上させる観点から好ましい。中でも、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、酸化チタン等が、磁気記録媒体用基板等の精密部品用基板の研磨に適している。酸化アルミニウムについては、 α 、 θ 、 γ 等種々の結晶系が知られているが、用途に応じ適宜選択、使用することができる。

【0022】

シリカ粒子以外の研磨材の一次粒子の平均粒径は、200 nm以下であり、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは1 nm以上、より好ましくは10 nm以上、さらに好ましくは20 nm以上であり、表面粗さ（Ra、Rmax）、うねり（Wa）を低減する観点から、200 nm以下、好ましくは150 nm以下、より好ましくは120 nm以下、特に好ましくは100 nm以下である。該一次粒子の平均粒径は、好ましくは1～200 nm、より好ましくは1～150 nm、さらに好ましくは10～120 nm、特に好ましくは20～100 nmである。さらに、一次粒子が凝集して二次粒子を形成している場合は、同様に研磨速度を向上させる観点及び被研磨物の表面粗さを低減させる観点から、その二次粒子の平均粒径は、好ましくは50～3000 nm、さらに好ましくは100～1500 nm、特に好ましくは200～1200 nmである。

【0023】

シリカ粒子以外の研磨材の一次粒子の平均粒径は、走査型電子顕微鏡で観察（好適には3000～100000倍）した画像を解析して一次粒子の小粒径側からの積算粒径分布（個数基準）が50%となる粒径（D50）を測定することにより求めることができる。ここで、ひとつの一次粒子の粒径は、2軸平均（長径と短径の平均）粒径を用いることとする。また、二次粒子の平均粒径はレーザー光回折法を用いて体積平均粒径として測定することができる。

【0024】

研磨材組成物中におけるシリカ粒子を含む研磨材の含有量は、研磨速度を向上させる観点から、好ましくは0.5重量%以上、より好ましくは1重量%以上、さらに好ましくは3重量%以上、特に好ましくは5重量%以上であり、また、表面品質を向上させる観点、及び経済性の観点から、好ましくは20重量%以下、より好ましくは15重量%以下、さらに好ましくは13重量%以下、特に好ましくは10重量%以下である。すなわち、該含有量は、好ましくは0.5～20重量%、より好ましくは1～15重量%、さらに好ましくは3～13重量%、特に好ましくは5～10重量%である。

【0025】

また、本発明の研磨液組成物は、研磨速度をより向上させる観点から、酸化剤を含有していてもよい。酸化剤としては、過酸化物、過マンガン酸又はその塩、クロム酸又はその塩、ペルオキシ酸又はその塩、酸素酸又はその塩、金属塩類、硫酸類等が挙げられる。

【0026】

前記過酸化物としては、過酸化水素、過酸化ナトリウム、過酸化バリウム等；過マンガン酸又はその塩としては、過マンガン酸カリウム等；クロム酸又はその塩としては、クロム酸金属塩、重クロム酸金属塩等；ペルオキシ酸又はその塩としては、ペルオキシ二硫酸、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、ペルオキシ二硫酸金属塩、ペルオキシリン酸、ペルオキシ硫酸、ペルオキシホウ酸ナトリウム、過ギ酸、過酢酸、過安息香酸、過フタル酸等；酸素酸又はその塩としては、次亜塩素酸、次亜臭素酸、次亜ヨウ素酸、塩素酸、臭素酸、ヨウ素酸、次亜塩素酸ナトリウム、次亜塩素酸カルシウム等；金属塩類としては、塩化鉄（III）、硫酸鉄（III）、クエン酸鉄（III）、硫酸アンモニウム鉄（III）等が挙げられる。好ましい酸化剤としては、過酸化水素、硝酸鉄（III）、過酢酸、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、硫酸鉄（III）及び硫酸アンモニウム鉄（III）等が挙げられる。特に、表面に金属イオンが付着せず汎用使用され安価であるという観点から過酸化水素が好ましい。これらの酸化剤は、単独で又は2種以上を混合して使用してもよい。

【0027】

研磨速度を向上させる観点から、研磨液組成物中の酸化剤の含有量は、好ましくは0.002重量%以上、より好ましくは0.005重量%以上、さらに好ましくは0.007重量%以上、特に好ましくは0.01重量%以上であり、表面粗さ、うねりを低減し、ピット、スクラッチ等の表面欠陥を減少させて表面品質を向上させる観点及び経済性の観点から、好ましくは20重量%以下、より好ましくは15重量%以下、さらに好ましくは10重量%以下、特に好ましくは5重量%以下である。該含有量は、好ましくは0.002～20重量%、より好ましくは0.005～15重量%、さらに好ましくは、0.007～10重量%、特に好ましくは0.01～5重量%である。

【0028】

また、本発明の研磨液組成物は、酸及び／又はその塩を含有してもよい。酸及び／又はその塩としては、その酸の pK_1 が 2 以下の化合物が好ましく、微小スクラッチを低減する観点から、 pK_1 が 1.5 以下、より好ましくは 1 以下、最も好ましくは pK_1 で表せない程の強い酸性を示す化合物が望ましい。その例としては、硝酸、硫酸、亜硫酸、過硫酸、塩酸、過塩素酸、リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸、ピロリン酸、トリポリリン酸、アミド硫酸等の無機酸及びその塩、2-アミノエチルホスホン酸、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸、アミノトリ（メチレンホスホン酸）、エチレンジアミンテトラ（メチレンホスホン酸）、ジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）、エタン-1, 1, -ジホスホン酸、エタン-1, 1, 2-トリホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシ-1, 1-ジホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシ-1, 1, 2-トリホスホン酸、エタン-1, 2-ジカルボキシ-1, 2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸、2-ホスホノブタン-1, 2-ジカルボン酸、1-ホスホノブタン-2, 3, 4-トリカルボン酸、 α -メチルホスホノコハク酸等の有機ホスホン酸及びその塩、グルタミン酸、ピコリン酸、アスパラギン酸等のアミノカルボン酸及びその塩、シュウ酸、ニトロ酢酸、マレイン酸、オキサロ酢酸等のカルボン酸及びその塩等が挙げられる。中でも、微小スクラッチを低減する観点から、無機酸や有機ホスホン酸及びその塩が好ましい。また、無機酸及びその塩の中では、硝酸、硫酸、塩酸、過塩素酸及びそれらの塩がより好ましい。有機ホスホン酸及びその塩の中では、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸、アミノトリ（メチレンホスホン酸）、エチレンジアミンテトラ（メチレンホスホン酸）、ジエチレントリアミンペンタ（メチレンホスホン酸）及びそれらの塩がより好ましい。これらの酸及びその塩は単独で又は 2 種以上を混合して用いてもよい。ここで、 pK_1 とは有機化合物または無機化合物の酸解離定数（25℃）の逆数の対数値を通常 pK_a と表し、そのうちの第一酸解離定数の逆数の対数値を pK_1 としている。各化合物の pK_1 は例えば改訂 4 版化学便覧（基礎編）II、pp 316-325（日本化学会編）等に記載されている。なお、本発明においては、微小スクラッチの低減と研磨速度の両立の観点から、その酸の pK_1 が 2 以下の酸及び／又はその塩を用いることが特に好ましい。

【0029】

これらの酸の塩としては、特に限定はなく、具体的には、金属、アンモニウム、アルキルアンモニウム、有機アミン等との塩が挙げられる。金属の具体例としては、周期律表（長周期型）1A、1B、2A、2B、3A、3B、4A、6A、7A又は8族に属する金属が挙げられる。これらの中でも、微小スクラッチ低減の観点から1A族に属する金属又はアンモニウムとの塩が好ましい。

【0030】

前記酸及びその塩の研磨液組成物中における含有量は、十分な研磨速度を発揮する観点および表面品質を向上させる観点から、0.0001～5重量%が好ましく、より好ましくは0.0003～3重量%であり、さらに好ましくは0.001～2重量%、特に好ましくは0.0025～1重量%である。

【0031】

本発明の研磨液組成物中の水は、媒体として使用されるものであり、例えば、蒸留水、イオン交換水、超純水等が使用される。その含有量は、被研磨物を効率よく研磨する観点から、好ましくは55重量%以上であり、より好ましくは67重量%以上であり、さらに好ましくは75重量%以上であり、特に好ましくは84重量%以上であり、また、好ましくは99.4979重量%以下、より好ましくは98.9947重量%以下、さらに好ましくは96.992重量%以下、特に好ましくは、94.9875重量%以下である。該含有量は、好ましくは55～99.4979重量%、より好ましくは67～98.9947重量%、さらに好ましくは75～96.992重量%、特に好ましくは84～94.9875重量%である。

【0032】

尚、前記研磨液組成物中の各成分の濃度は、該組成物製造時の濃度及び使用時の濃度のいずれであってもよい。通常、濃縮液として研磨液組成物は製造され、これを使用時に希釈して用いる場合が多い。

【0033】

また、本発明の研磨液組成物には、必要に応じて他の成分を配合することができる。該他の成分としては、増粘剤、分散剤、防錆剤、塩基性物質、界面活性剤等が挙げられる。

【0034】

本発明の研磨液組成物は、前記研磨材、酸化剤、酸及び／又はその塩、水、必要に応じて他の成分等を公知の方法で混合することにより調製することができる。

【0035】

本発明の研磨液組成物の pH は、被加工物の種類や要求性能に応じて適宜決定することが好ましい。被研磨物の材質により一概に限定はできないが、一般に金属材料では研磨速度を向上させる観点から pH は酸性が好ましく、7 未満が好ましく、より好ましくは 6 以下、さらに好ましくは 5 以下、特に好ましくは 4 以下であることが望ましい。また、人体への影響や機械の腐食性の観点から、pH は 1 以上であることが好ましく、より好ましくは 1.1 以上、さらに好ましくは 1.2 以上、特に好ましくは 1.3 以上である。特にニッケル-リン (Ni-P) メッキされたアルミニウム合金基板等の金属を主対象とした精密部品基板においては、研磨速度の観点から、pH は酸性にすることが好ましく、研磨速度を向上させる観点から pH は 4.5 以下が好ましく、より好ましくは 4 以下、さらに好ましくは 3.5 以下、特に好ましくは 3 以下である。従って、重視する目的に合わせて pH を設定すればよいが、特に Ni-P メッキされたアルミニウム合金基板等の金属を対象とした精密部品基板においては、前記観点を総合して、pH は 1 ~ 4.5 が好ましく、より好ましくは 1.1 ~ 4 、さらに好ましくは 1.2 ~ 3.5 、特に好ましくは 1.3 ~ 3 である。pH は硝酸、硫酸等の無機酸やシュウ酸等の有機酸、アンモニウム塩、アンモニア水、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、アミン等の塩基性物質を適宜、所望量で配合することにより調整することができる。

【0036】

本発明のマイクロピットを低減する方法としては、被研磨基板を研磨する際に、本発明の研磨液組成物を用いる方法が挙げられる。被研磨基板の研磨方法としては、本発明の研磨液組成物を用いて、あるいは本発明の研磨液組成物の組成となるように各成分を混合して研磨液組成物を調製して被研磨基板を研磨する工程を有しており、特にメモリーハードディスク用基板等の精密部品用基板を好適に製造することができる。また、本発明の研磨液組成物は、マイクロピットを顕著

に低減して高い研磨速度を発揮することができる。

【0037】

本発明の研磨液組成物が対象とする被研磨物の材質は、例えば、シリコン、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅、タンタル、チタン等の金属又は半金属およびこれらの合金、及びガラス、ガラス状カーボン、アモルファスカーボン等のガラス状物質、アルミナ、二酸化珪素、窒化珪素、窒化タンタル、炭化チタン等のセラミック材料、ポリイミド樹脂等の樹脂等が挙げられる。これらの中では、アルミニウム、ニッケル、タングステン、銅等の金属及びこれらの金属を主成分とする合金が被研磨物であるのが好ましく、例えば、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板がより好ましく、Ni-Pメッキされたアルミニウム合金基板が特に好ましい。

【0038】

本発明の研磨液組成物を用いる研磨方法としては、例えば、不織布状の有機高分子系研磨布等を貼り付けた研磨盤で基板を挟み込み、研磨液組成物を研磨面に供給し、一定圧力を加えながら研磨盤や基板を動かすことにより研磨する方法等が挙げられる。前記方法において、本発明の研磨液組成物を用いることにより、マイクロピットの発生を顕著に抑えることができる。即ち、前記研磨方法は、基板のマイクロピットの低減方法である。

【0039】

本発明の基板の製造方法は、前記研磨液組成物を用いた研磨工程を有し、該研磨工程は、複数の研磨工程の中でも2工程目以降に行われるのが好ましく、最終研磨工程に行われるのが特に好ましい。例えば、1工程又は2工程の研磨工程によって表面粗さ(Ra) 0.5~1.5nm、うねり(Wa) 0.5~1nmにしたNi-Pメッキされたアルミニウム合金基板を、本発明の研磨液組成物を用いた研磨工程によって研磨して、マイクロピットの発生数が極めて少ない磁気ディスク用基板を製造することができる。

【0040】

製造された基板は、マイクロピットが顕著に低減されていることに加え、表面平滑性に優れたものである。その表面平滑性として、表面粗さ(Ra) 0.3n

m以下、好ましくは0.25nm以下が望ましい。また、うねり(Wa)は0.3nm以下、好ましくは0.25nm以下が望ましい。

【0041】

以上のように、本発明の研磨液組成物を用いることで、マイクロピットの発生を顕著に低減させた平滑性が向上した、表面性状に優れた高品質の基板を生産効率よく製造することができる。

【0042】

本発明の研磨液組成物は、ポリッシング工程において特に効果があるが、これ以外の研磨工程、例えば、ラッピング工程等にも同様に適用することができる。

【0043】

【実施例】

(被研磨物)

被研磨基板として、Ni-Pメッキされた基板をアルミナ研磨材を含有する研磨液であらかじめ粗研磨し、基板表面粗さ(Ra)1nmとした厚さ1.27mmの95mmφのアルミニウム合金基板を用いて研磨評価を行った。

【0044】

実施例1～4及び比較例1～9

表1に記載のシリカA～G、過酸化水素(H₂O₂)、HEDP及び残部水(イオン交換水)を添加、混合することにより、表1に記載の組成を有する研磨液組成物を調製した。混合する順番としては、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸を水に希釈した水溶液に35重量%過酸化水素を、次いで残りの成分を混合し、最後にコロイダルシリカスラリーをゲル化しないように攪拌しながら配合し、研磨液組成物を調製した。なお、得られた研磨液組成物中の研磨材に含まれるシリカ粒子の粒径分布を表2に示す。

【0045】

【表 1】

		研磨液組成物の組成 (重量%)									pH
		シリカ A	シリカ B	シリカ C	シリカ D	シリカ E	シリカ F	シリカ G	H ₂ O ₂	HEDP	
実施例 番号	1	9.00	—	—	—	—	—	—	0.3	0.43	2.2
	2	—	—	1.35	5.40	—	—	2.25	0.3	0.43	2.0
	3	—	—	1.35	6.30	—	—	1.35	0.3	0.43	2.0
	4	—	—	1.35	6.30	—	1.35	—	0.3	0.43	2.0
比較例 番号	1	—	2.25	6.75	—	—	—	—	0.3	0.43	2.0
	2	—	9.00	—	—	—	—	—	0.3	0.43	2.0
	3	—	—	—	7.65	—	—	1.35	0.3	0.43	2.0
	4	—	—	—	6.75	—	—	2.25	0.3	0.43	2.0
	5	—	—	6.92	—	1.73	—	0.35	0.3	0.43	2.0
	6	—	—	—	7.20	—	—	1.80	0.3	0.43	2.0
	7	—	—	—	4.50	4.50	—	—	0.3	0.43	2.0
	8	—	—	7.20	—	1.80	—	—	0.3	0.43	2.0
	9	—	—	1.80	—	7.20	—	—	0.3	0.43	2.0

【0046】

なお、表 1 中、

HEDP は、1-ヒドロキシエチリデン-1, 1-ジホスホン酸（デイクエスト
2010、ソルーシア・ジャパン製）、

H₂O₂ は 35 重量% 過酸化水素（旭電化製）、

シリカ A は、サイトン 520（デュポン製）、

シリカ B は、シリカドール 30G（日本化学工業製）、

シリカ C は、カタロイド SI-80P（触媒化成工業製）、

シリカ D は、カタロイド SI-45P（触媒化成工業製）、

シリカ E は、カタロイド SI-50（触媒化成工業製）、

シリカ F は、カタロイド S I - 4 0（触媒化成工業製）、
シリカ G は、カタロイド S I - 3 0（触媒化成工業製）
を示す。

【 0 0 4 7 】

次いで、得られた研磨液組成物を用いて以下のようにして被研磨基板を研磨し、
、基板上のマイクロピットの有無について調べた。

【 0 0 4 8 】

〔研磨条件〕

研磨試験機：スピードファム社製 両面 9 B 研磨機

研磨パッド：カネボウ社製、商品名「B e l a t r i x N 0 0 5 8」

定盤回転数：3 2 . 5 r/min

スラリー供給量：4 0 ml/min

研磨時間：4 分

研磨荷重：7 . 8 k P a

投入した基板の枚数：1 0 枚

【 0 0 4 9 】

〔マイクロピットの測定方法〕

微分干渉式顕微鏡観察〔金属顕微鏡「B X 6 0 M」（オリンパス工業社製）、
倍率 5 0 倍（接眼レンズ 1 0 倍、対物レンズ 5 倍）〕により 5 枚の基板について
表面、裏面ともに図 1 に示すように線 A B、C D、E F、G H について走査しな
がらマイクロピットの個数をカウントした。

その結果を以下の評価基準に基づいて、表 2 に示す。

【 0 0 5 0 】

評価基準

「◎」：0 . 3 個／面未満

「○」：0 . 3 個／面以上、1 個／面未満

「△」：1 個／面以上、5 個／面未満

「×」：5 個／面以上、2 0 個／面未満

「××」：2 0 個／面以上、1 0 0 個／面未満

「×××」：100個／面以上

【0051】

【表2】

		全測カ 粒子 中における 5-120nm の 粒子の量*)	5-40nm未満	40-80nm 未 満	80-120nm	10-30nm	45-75nm	90-110nm	マイクロ ピット
実施 例 番 号	1	69.4	32.0	41.5	26.5	12.3	30.5	13.2	◎
	2	99.9	26.8	58.6	14.6	25.7	54.4	13.0	○
	3	99.9	16.8	69.0	14.2	15.6	64.0	12.7	○
	4	99.9	16.1	69.4	14.5	14.9	64.5	12.9	○
比 較 例 番 号	1	99.9	0.0	20.9	79.1	0.0	16.5	66.6	×××
	2	100.0	0.1	79.6	20.4	0.0	62.9	3.6	×
	3	100.0	16.9	83.1	0.0	15.5	77.1	0.0	×
	4	100.0	27.0	73.0	0.0	25.7	67.8	0.0	×
	5	99.9	23.3	0.4	76.3	7.2	0.0	68.0	×
	6	100.0	22.0	78.0	0.0	20.6	72.4	0.0	×
	7	100.0	49.5	50.5	0.0	7.7	46.1	0.0	×
	8	99.9	20.0	0.4	79.6	3.2	0.0	70.9	××
	9	99.9	79.0	1.4	19.6	12.5	0.0	17.5	×

*) 表中の割合は体積%を示す。

【0052】

表2の結果より、実施例1～4で得られた研磨液組成物は、いずれも比較例1～9で得られた研磨液組成物に比べ、マイクロピットの低減効果が著しく優れたものであることがわかる。

【0053】

【発明の効果】

本発明の研磨液組成物を用いることにより、マイクロピットが顕著に低減されたメモリーハードディスク等の精密部品基板を経済的に製造できるという効果が奏される。

【図面の簡単な説明】

【図1】

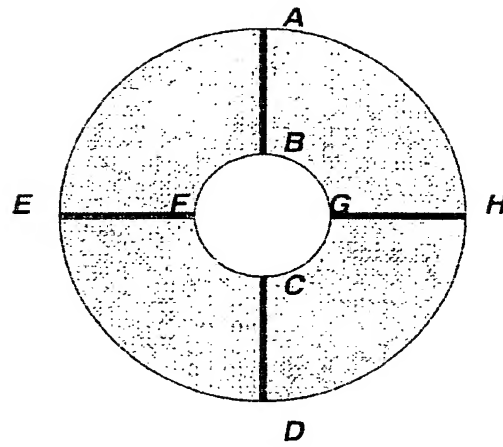
図1は、マイクロピットの測定の際に、微分干渉式顕微鏡で走査した基板上の

部位を示す概略図である。

【書類名】

図面

【図 1】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

メモリーハードディスク用基板の研磨用として、研磨後の被研磨物のマイクロピットを顕著に低減し、しかも経済的に研磨をすることが可能である研磨液組成物、該研磨液組成物を用いたマイクロピットの低減方法及び前記研磨液組成物を用いた基板の製造方法を提供すること。

【解決手段】

水系媒体中に研磨材を含有するメモリーハードディスク用の研磨液組成物であって、該研磨材中における粒子径5～120nmのシリカ粒子の含有量が50体積%以上であり、該研磨材として粒子径が5nm～40nm未満の小粒径シリカ粒子を粒子径5～120nmのシリカ粒子全量に対して10～70体積%含有し、粒子径が40nm～80nm未満の中粒径シリカ粒子を粒子径5～120nmのシリカ粒子全量に対して20～70体積%含有し、粒子径が80nm～120nmの大粒径シリカ粒子を粒子径5～120nmのシリカ粒子全量に対して0.1～40体積%含有する研磨液組成物、該研磨液組成物を用いて、マイクロピットを低減する方法、並びに前記研磨液組成物を用いて、Ni-Pでメッキされたメモリーハードディスク用基板を製造する方法。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 3 7 7 3 9 0

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 0 9 1 8]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 4 日
 [変更理由] 新規登録
 住 所 東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号
 氏 名 花王株式会社

2. 変更年月日 2 0 0 3 年 4 月 1 8 日
 [変更理由] 名称変更
 住所変更
 住 所 東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 1 4 番 1 0 号
 氏 名 花王株式会社